

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

KITAHARA et al  
July 24, 2003  
B&B, LLP  
(103) 205-8000  
1422-0597P  
2 of 2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日  
Date of Application:

2002年 8月 8日

出 願 番 号  
Application Number:

特願2002-231362

[ST.10/C]:

[JP2002-231362]

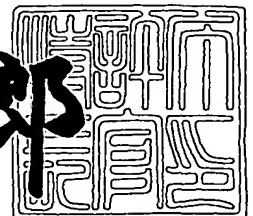
出 願 人  
Applicant(s):

花王株式会社

2003年 5月 9日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3033755

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP02-0545

【提出日】 平成14年 8月 8日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/14

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 北山 博昭

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 萩原 敏也

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 藤井 滋夫

【特許出願人】

【識別番号】 000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

【識別番号】 100095832

【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 050739

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0012367

特 2 0 0 2 - 2 3 1 3 6 2

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨液組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 0.03～0.5重量%の有機酸又はその塩と、研磨材と、水とを含有し、且つ該研磨材の表面電位が $-140\sim 200$  mVである研磨液組成物。

【請求項 2】 研磨材がアルミナである請求項 1 記載の研磨液組成物。

【請求項 3】 有機酸がOH基又はSH基を含有する、炭素数2～10の多価カルボン酸である請求項 1 又は 2 記載の研磨液組成物。

【請求項 4】 請求項 1～3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法。

【請求項 5】 研磨工程において請求項 1～3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板のロールオフを低減する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ロールオフが低減可能な研磨液組成物に関する。更には、該研磨液組成物を用いた基板の製造方法、該研磨液組成物を用いた被研磨基板のロールオフの低減方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

ハードディスクは、高容量化を推進する技術に対しての要望が高まっている。高容量化への有力な手段の一つとして、研磨工程で発生するロールオフ（被研磨基板の端面だれ）を小さくし、より外周部まで記録できることが望まれている。このようなロールオフを低減した基板を製造するため、研磨パッドを堅くする、研磨荷重を小さくするといった機械的条件が検討されている。しかしながら、このような機械的研磨条件は効果があるもののいまだ充分とは言えない。また、研磨工程に使用する研磨液組成物からロールオフを低減する観点から、水酸基を持つ有機酸に代表される特定の有機酸の使用（特開2002-12857号公報）

が開示されているが、開示された濃度ではロールオフを充分低減し得るとは言い切れず、また、アルミニウム塩のゾル化生成物の使用（特開 2 0 0 2 - 2 0 7 3 2 号公報）などが検討されているがロールオフを十分に低減しえるとは言い切れないのが現状である。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、ロールオフを低減し得る研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の製造方法及び、前記研磨液組成物を用いて被研磨基板のロールオフを低減する方法を提供することを目的とする。

【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の要旨は、

- 〔 1 〕 0 . 0 3 ～ 0 . 5 重量%の有機酸又はその塩と、研磨材と、水とを含有し、且つ該研磨材の表面電位が  $-140 \sim 200$  mV である研磨液組成物、
- 〔 2 〕 前記〔 1 〕記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法、並びに
- 〔 3 〕 研磨工程において前記〔 1 〕記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板のロールオフを低減する方法に関する。

【 0 0 0 5 】

【発明の実施の形態】

本発明の研磨液組成物は、0 . 0 3 ～ 0 . 5 重量%の有機酸又はその塩と、研磨材と、水とを含有し、且つ該研磨材の表面電位が  $-140 \sim 200$  mV であることに一つの大きな特徴があり、かかる特徴を有する研磨液組成物を用いることで、被研磨基板のロールオフを有意に低減することができ、外周部まで記録できる基板を生産できるという顕著な効果が発現される。

【 0 0 0 6 】

なお、研磨液組成物中の研磨材の表面電位が上記範囲にあることで被研磨基板のロールオフを低減させる作用機構については、詳細なことは不明ではあるが、

以下のことが考えられる。即ち、前記特定量の有機酸又はその塩を研磨液組成物に配合することで、研磨材同士の凝集力がコントロールされ、結果的に研磨時にパッド変形に起因する高い圧力がかかる端面部では〔端面圧力>砥粒凝集力〕となり、砥粒凝集が崩壊され研磨速度が低下する。反対に、端面に比較して圧力の低い内側では〔内部圧力<凝集力〕となり、砥粒の再凝集が発生し、研磨速度は維持される。従って、内部と外部（端面部）の研磨速度差は小さくなり、ロールオフが低減すると考えられる。

## 【 0 0 0 7 】

本発明において、研磨材の表面電位とは、該研磨材を含有する研磨液組成物を 0.45  $\mu\text{m}$  フィルターで減圧濾過を行い、回収した濾過残渣である研磨材 0.1g を水 70g に再分散し、流動電位検出装置を用いて 5 分後の電位（以下、特定表面電位ともいう）をいう。具体的には、後述の実施例に記載の方法に従って測定される値をいう。

## 【 0 0 0 8 】

前記研磨液組成物中の該研磨材の表面電位は、 $-140 \sim 200 \text{ mV}$  であれば特に限定はないが、好ましくは  $-120 \sim 150 \text{ mV}$ 、より好ましくは  $-120 \sim 120 \text{ mV}$ 、さらに好ましくは  $-110 \sim 110 \text{ mV}$ 、特に好ましくは  $-105 \sim 105 \text{ mV}$  である。

## 【 0 0 0 9 】

本発明に用いられる研磨材は、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することができる。該研磨材の例としては、金属；金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物；ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表（長周期型）の 2 A、2 B、3 A、3 B、4 A、4 B、5 A、6 A、7 A 又は 8 族由来のものである。研磨材の具体例として、 $\alpha$ -アルミナ粒子、中間アルミナ粒子、アルミナゾル、炭化ケイ素粒子、ダイヤモンド粒子、酸化マグネシウム粒子、酸化亜鉛粒子、酸化セリウム粒子、酸化ジルコニウム粒子、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子等が挙げられ、中でも、研磨速度と経済性のバランスの観点から、 $\alpha$ -アルミナ粒子、中間アルミナ粒子、アルミナゾルなどのアルミナが好ましい。これらの研磨材を 1 種以上使用することは、研磨速

度を向上させる観点から好ましい。また、研磨特性の必要性に応じてこれらの2種以上混合して使用してもよい。研磨材用途別ではNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板の粗研磨は $\alpha$ -アルミナ粒子、中間アルミナ粒子、アルミナゾルなどのアルミナ粒子が好ましく、更には $\alpha$ -アルミナ粒子、中間アルミナ粒子（なかでも $\theta$ アルミナ）との組み合わせが速度向上、表面欠陥防止及び表面粗さ低減から特に好ましい。また、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板の仕上げ研磨はコロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子等のシリカ粒子が好ましい。ガラス材質の研磨には酸化セリウム粒子、アルミナ粒子が好ましい。半導体ウェハや半導体素子等の研磨では酸化セリウム粒子、アルミナ粒子、シリカ粒子が好ましい。

#### 【0010】

研磨材の一次粒子の平均粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは $0.01 \sim 3 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.01 \sim 0.8 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.02 \sim 0.5 \mu\text{m}$ である。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは $0.02 \sim 3 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.05 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.1 \sim 1.2 \mu\text{m}$ である。研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000～30000倍）又は透過型電子顕微鏡で観察（好適には10000～300000倍）して画像解析を行い、粒径を測定することにより求めることができる。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

#### 【0011】

研磨材の比重は、分散性及び研磨装置への供給性及回収再利用性の観点から、その比重は2～6であることが好ましく、2～5であることがより好ましい。

研磨材の総含有量は、経済性及び表面粗さを小さくし、効率よく研磨することができるようにする観点から、研磨液組成物中において好ましくは1～40重量%、より好ましくは2～30重量%、さらに好ましくは3～25重量%である。

#### 【0012】

また、本発明の研磨液組成物は、0.03～0.5重量%の有機酸又はその塩

を含有する。本発明において、かかる量の有機酸又はその塩を用いることで、前記研磨材の表面電位を特定の値に制御することができるという利点がある。本発明に用いられる有機酸とは、分子内に少なくとも炭素原子を1つ以上含有し、かつ、カルボン酸、スルホン酸などのブレンステッド酸となり得る基を有する分子を指す。有機酸及びその塩は、該研磨材の特定表面電位を $-140 \sim 200$  mVに制御し得るものであれば特に限定はないが、好ましくはカルボン酸及びその塩である。カルボン酸及びその塩としては、モノ又は多価カルボン酸、アミノカルボン酸、アミノ酸及びそれらの塩などが挙げられる。これらの化合物はその特性から化合物群(A)と化合物群(B)に大別される。

## 【0013】

化合物群(A)に属する化合物は、単独で研磨速度を向上することも可能であるが、顕著な特徴としては化合物群(B)に代表される他の有機酸又はその塩を含有する研磨材組成物に添加することで添加しない場合に比較してロールオフを低減する作用をも有する化合物である。化合物群(A)の化合物としてはOH基又はSH基を含有するモノ又は多価カルボン酸、OH基又はSH基を含有しない炭素数2～3のジカルボン酸、OH基又はSH基を含有しないモノカルボン酸及びそれらの塩より選ばれる1種以上の化合物である。OH基又はSH基を含有するモノ又は多価カルボン酸の炭素数は水への溶解性の観点から2～20であり、2～10が好ましく、より好ましくは2～8、さらに好ましくは2～6である。また、ロールオフ低減の観点から、 $\alpha$ -ヒドロキシカルボキシル化合物が好ましい。OH基又はSH基を含有しないモノカルボン酸の炭素数は、水への溶解性の観点から1～20が好ましく、1～10がより好ましく、1～8が更に好ましく、1～5が特に好ましい。炭素数2～3のジカルボン酸とは即ちシュウ酸とマロン酸を指す。

## 【0014】

化合物群(A)中でのOH基又はSH基を有する炭素数2～20のモノ又は多価カルボン酸の具体例としては、グリコール酸、メルカプトコハク酸、チオグリコール酸、乳酸、 $\beta$ -ヒドロキシプロピオン酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、イソクエン酸、アロクエン酸、グルコン酸、グリオキシル酸、グリセリン酸、マ



ンデル酸、トロパ酸、ベンジル酸、サリチル酸等が挙げられる。OH基又はSH基を含有しないモノカルボン酸の具体例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、吉草酸、イソ吉草酸、ヘキサン酸、ヘプタン酸、2-メチルヘキサン酸、オクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸、デカン酸、ラウリン酸等が挙げられる。これら化合物群(A)の中で、酢酸、シュウ酸、マロン酸、グリコール酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸、グリオキシル酸、クエン酸及びグルコン酸が好ましく、さらに好ましくは、シュウ酸、マロン酸、グリコール酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸、グリオキシル酸、クエン酸及びグルコン酸であり、特に好ましくはリンゴ酸、酒石酸、クエン酸であり、最も好ましくはクエン酸である。

## 【0015】

これら化合物群(A)の塩としては、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム、有機アミン等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表(長周期型)1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A又は8族に属する金属が挙げられる。これらの金属の中でも、目詰まり低減の観点から1A、3A、3B、7A又は8族に属する金属が好ましく、1A、3A又は3B族に属する金属が更に好ましく、1A族に属するナトリウム、カリウムが最も好ましい。

## 【0016】

アルキルアンモニウムの具体例としては、テトラメチルアンモニウム、テトラエチルアンモニウム、テトラブチルアンモニウム等が挙げられる。

## 【0017】

有機アミン等の具体例としては、ジメチルアミン、トリメチルアミン、アルカノールアミン等が挙げられる。

## 【0018】

これらの塩の中では、アンモニウム塩、ナトリウム塩及びカリウム塩が特に好ましい。

## 【0019】

化合物群(A)は単独で用いても良いし、2種以上を混合して用いても良い。

## 【0020】

本発明に用いる化合物群 (B) は、特に研磨速度向上の作用に優れる化合物である。化合物群 (B) としては炭素数 4 以上の OH 基又は SH 基を有しない多価カルボン酸、アミノカルボン酸、アミノ酸及びそれらの塩などが挙げられる。

## 【 0 0 2 1 】

研磨速度向上の観点からは炭素数 4 以上の OH 基又は SH 基を有しない多価カルボン酸中でも炭素数 4 ~ 2 0 が好ましく、さらに水溶性向上の観点を加味すると炭素数 4 ~ 1 0 が好ましい。また、そのカルボン酸価数は 2 ~ 1 0、好ましくは 2 ~ 6、特に好ましくは 2 ~ 4 である。また、アミノカルボン酸としては、水溶性向上の観点から 1 分子中のアミノ基の数は 1 ~ 6 が好ましく、更に 1 ~ 4 が好ましい。そのカルボン酸基の数としては 1 ~ 1 2、更には 2 ~ 8 が好ましい。また、炭素数としては 1 ~ 3 0 が好ましく、更には 1 ~ 2 0 が好ましい。同様の観点からアミノ酸の炭素数としては 2 ~ 2 0 が好ましく、更に 2 ~ 1 0 が好ましい。

## 【 0 0 2 2 】

化合物群 (B) の具体例としては、コハク酸、マレイン酸、フマル酸、グルタル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、アジピン酸、プロパン-1, 2, 3-テトラカルボン酸、ブタン-1, 2, 3, 4-テトラカルボン酸、ジグリコール酸、ニトロトリ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸 (EDTA)、ジエチレントリアミンペンタ酢酸 (DTPA)、ヒドロキシエチルエチレンジアミンテトラ酢酸 (HEDTA)、トリエチレントトラミンヘキサ酢酸 (TTHA)、ジカルボキシメチルグルタミン酸 (GLDA)、グリシン、アラニン等が挙げられる。

これらの中でもコハク酸、マレイン酸、フマル酸、グルタル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、アジピン酸、ジグリコール酸、ニトロトリ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸が好ましく、さらにコハク酸、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、ジグリコール酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸がより好ましい。

## 【 0 0 2 3 】

これら化合物群 (B) の塩としては、前記化合物群 (A) と同様のものが挙げられる。

## 【 0 0 2 4 】

化合物群 (B) は単独で用いても良いし、2 種以上を混合して用いても良い。更には化合物群 (A) と化合物群 (B) を組み合わせることが研磨性能のバランスの上で特に好ましい。

## 【 0 0 2 5 】

ロールオフ低減の観点から、本発明に用いる有機酸又はその塩としては、化合物群 (A) 又はその塩が好ましく、研磨速度の面からは、OH 基又は SH 基を含有する炭素数 2 ～ 1 0 の多価カルボン酸又はその塩が最も好ましく、中でも、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸等のヒドロキシカルボン酸類及びその塩が最も好ましい。

## 【 0 0 2 6 】

本発明の研磨液組成物中における有機酸又はその塩の含有量は、研磨材の特定表面電位の絶対値を小さくし、ロールオフを向上する観点から研磨液組成物中 0 . 0 3 ～ 0 . 5 重量%であり、好ましくは 0 . 0 4 ～ 0 . 5 重量%、より好ましくは 0 . 0 5 ～ 0 . 5 重量%、最も好ましくは 0 . 0 5 ～ 0 . 4 重量%である。なお、有機酸又はその塩は単独で又は 2 種以上を混合して用いることができる。

## 【 0 0 2 7 】

本発明の研磨液組成物中の水は、媒体として使用されるものであり、その含有量は被研磨物を効率良く研磨する観点から、好ましくは 55 ～ 98.98 重量%、より好ましくは 60 ～ 97.5 重量%、さらに好ましくは 70 ～ 96.8 重量%である。

## 【 0 0 2 8 】

また、他の成分としては、無機酸及びその塩、酸化剤、防錆剤、塩基性物質等が挙げられる。無機酸及びその塩、並びに酸化剤の具体例としては、特開昭 63-2 51163 号公報 2 頁左下欄 7 行～14 行、特開平 1-205973 号公報 3 頁左上欄 11 行～右上欄 2 行、特開平 3-115383 号公報 2 頁右下欄 16 行～3 頁左上欄 11 行、特開平 4-27 5387 号公報 2 頁右欄 27 行～3 頁左欄 12 行等に記載されているものが挙げられる。これらの成分は単独で用いても良いし、2 種以上を混合して用いても良い。また

、その含有量は、それぞれの機能を発現させる観点及び経済性の観点から、好ましくは研磨液組成物中 0.05～20 重量%、より好ましくは 0.05～10 重量%、さらに好ましくは 0.05～5 重量%である。

## 【0029】

さらに他の成分として必要に応じて殺菌剤や抗菌剤などを配合することができる。これらの殺菌剤、抗菌剤の含有量は、機能を発現する観点、研磨性能への影響、経済面の観点から研磨液組成物中 0.0001～0.1 重量%、より好ましくは 0.001～0.05 重量% 更に好ましくは 0.002～0.02 重量%である。

## 【0030】

尚、研磨液組成物中の各成分の濃度は、研磨する際の好ましい濃度であるが、該組成物の製造時の濃度であって良い。通常、研磨液組成物は濃縮液として製造され、これを使用時に希釈して用いる場合が多い。

## 【0031】

また、研磨液組成物は目的の添加物を任意の方法で添加、混合し製造することができる。

## 【0032】

研磨液組成物の pH は、被研磨物の種類や要求品質等に応じて適宜決定することが好ましい。例えば、研磨液組成物の pH は、被研磨物の洗浄性及び加工機械の腐食防止性、作業者の安全性の観点から、2～12 が好ましい。また被研磨物が Ni-P メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を主対象とした精密部品用基板である場合、研磨速度の向上と表面品質の向上、パッド目詰まり防止の観点から、pH は 2～10 が好ましく、2～9 がより好ましく、更に 2～7 が好ましく、特に好ましくは 2～5 である。さらに、半導体ウェハや半導体素子等の研磨、特にシリコン基板、ポリシリコン膜、SiO<sub>2</sub> 膜等の研磨に用いる場合は、研磨速度の向上と表面品質の向上の観点から、7～12 が好ましく、8～11 がより好ましく、9～11 が特に好ましい。該 pH は、必要により、硝酸、硫酸等の無機酸、オキシカルボン酸、多価カルボン酸やアミノポリカルボン酸、アミノ酸等の有機酸、及びその金属塩やアンモニウム塩、アンモニア、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することで調整することがで

きる。

【 0 0 3 3 】

本発明の基板の製造方法は、前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有している。

本発明の対象である被研磨基板に代表される被研磨物の材質は、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タンゲステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属、及びこれらの金属を主成分とした合金、ガラス、ガラス状カーボン、アモルファスカーボン等のガラス状物質、アルミナ、二酸化ケイ素、窒化ケイ素、窒化タンタル、窒化チタン等のセラミック材料、ポリイミド樹脂等の樹脂などが挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タンゲステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるか、又はそれらの金属を含んだ半導体素子等の半導体基板が被研磨物であることが好ましい。特に、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金からなる基板を研磨する際に本発明の研磨液組成物を用いた場合、ロールオフを特に低減できるので好ましい。従って、本発明は、前記基板のロールオフの低減方法に関する。

【 0 0 3 4 】

これらの被研磨物の形状には特に制限がなく、例えば、ディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状が本発明の研磨液組成物を用いた研磨の対象となる。その中でも、ディスク状の被研磨物の研磨に特に優れている。

【 0 0 3 5 】

本発明の研磨液組成物は、精密部品用基板の研磨に好適に用いられる。例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、液晶用ガラス、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板等の研磨に適している。半導体基板の研磨は、シリコンウェハ（ベアウェハ）のポリッシング工程、埋め込み素子分離膜の形成工程、層間絶縁膜の平坦化工程、埋め込み金属配線の形成工程、埋め込みキャパシタ形成工程等において行われる研磨がある。本発明のロールオフ低減組成物は、特に磁気ディスク基板の研磨に適している。

## 【0036】

本発明の研磨液組成物を用いて研磨することにより、被研磨基板のロールオフを顕著に低減できる。例えば、不織布状の有機高分子系の研磨布などを貼り付けた研磨盤で基板を挟み込み、本発明の研磨液組成物を研磨面に供給し、圧力を加えながら研磨盤や基板を動かすことにより、ロールオフを低減した基板を製造することができる。

## 【0037】

本発明において被研磨基板に発生したロールオフは、例えば、触針式、光学式などの形状測定装置を用いて端面部分の形状を測定し、そのプロファイルより端面部分がディスク中央部に比較してどれくらい多く削れているかを数値化することにより評価することが可能である。

## 【0038】

数値化の方法は、図1に示すように、ディスク中心からある距離離れたA点とB点とC点といった測定曲線（被研磨基板の端面部分の形状を意味する）上の3点を取り、A点とC点を結んだ直線をベースラインとし、B点とベースラインとの距離（D）を言うものである。ロールオフが良いとはD値がより0に近い値であることを意味する。ロールオフ値はDを研磨前後のディスクの厚さの変化量の1/2で除した値を言う。

## 【0039】

本発明の研磨液組成物は、ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。

## 【0040】

## 【実施例】

実施例1、2、比較例1～3

## 〔研磨用研磨液組成物配合方法〕

研磨材20重量部〔一次粒径の平均粒径 $0.23\mu\text{m}$ 、二次粒子の平均粒径 $0.65\mu\text{m}$ の $\alpha$ -アルミナ（純度約99.9%）16重量部、中間アルミナ（ $\theta$ アルミナ、平均粒径 $0.22\mu\text{m}$ 、比表面積 $150\text{m}^2/\text{g}$ 、純度約99.9%）4重量部〕、他の添加物として表1に記載の各実施例に用いた有機酸（クエン酸）を所定量、イオン交換水（

残部) とを混合・攪拌し、研磨液組成物 1 0 0 重量部を得た。

## 【 0 0 4 1 】

## 〔表面電位測定法〕

得られた研磨液組成物約20g を0.45 $\mu$ m 親水性 P T F E フィルターで5時間減圧濾過を行い、濾過残渣である研磨材を回収した。研磨材を20mLビーカーに移し、直径5mm のガラス棒にて1mm 程度の粒子が無くなるまですりつぶした。100mL ビーカーにこの研磨材0.1gと水70g を精評し、25mmの磁気攪拌子を入れた。流動電位検出装置（京都電子工業株式会社製電位差自動滴定装置、商品名：A T - 4 1 0、流動電位検出ユニット、商品名：P C D - 5 0 0）を用いてPISTを550 の目盛り、攪拌500 の目盛りにて表面電位の測定を開始し、5 分後の電位を特定表面電位とした。これらの結果を表 1 に示す。

## 【 0 0 4 2 】

## 〔研磨方法〕

得られた研磨液組成物をイオン交換水で3倍希釈 (vol/vol) し、ランク・テラーホブソン社製のタリーステップ（触針先端サイズ：25 $\mu$ m ×25 $\mu$ m、ハイパスフィルター：80 $\mu$ m、測定長さ：0.64mm）によって測定した中心線平均粗さ Raが0.2  $\mu$ m、厚さ1.27 mm、直径3.5 インチ（直径95.0mm）のNi-Pメッキされたアルミニウム合金からなる基板の表面を両面加工機により、以下の両面加工機の設定条件でポリッシングし、磁気記録媒体用基板として用いられるNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板の研磨物を得た。

両面加工機の設定条件を下記に示す。

## 【 0 0 4 3 】

## ＜両面加工機の設定条件＞

両面加工機：スピードファーム（株）製、9B型両面加工機

加工圧力：9.8kPa

研磨パッド：フジボウ（株）製、H 9 9 0 0（商品名）

定盤回転数：30rpm

研磨液組成物希釈品供給流量：125ml/min

研磨時間：3.5min

投入した基板の枚数：10枚

【0044】

〔研磨速度〕

研磨前後の各基板の重さを計り（Sartorius 社製、商品名：BP-210S）を用いて測定し、各基板の重量変化を求め、10枚の平均値を減少量とし、それを研磨時間で割った値を重量減少速度とした。重量の減少速度を下記の式に導入し、研磨速度（ $\mu\text{m}/\text{min}$ ）に変換した。比較例3の研磨速度を基準値1として各実施例及び比較例の研磨速度の相対値（相対速度）を求めた。その結果を表1に示す。

$$\text{重量減少速度}(\text{g}/\text{min}) = \{ \text{研磨前の重量}(\text{g}) - \text{研磨後の重量}(\text{g}) \} \\ \div \text{研磨時間}(\text{min})$$

$$\text{研磨速度}(\mu\text{m}/\text{min}) = \text{重量減少速度}(\text{g}/\text{min}) \div \text{基板片面面積}(\text{mm}^2) \\ \div \text{Ni-Pメッキ密度}(\text{g}/\text{cm}^2) \times 100000$$

【0045】

〔ロールオフ〕

Zygo社製、Maxim 3D5700（商品名）を用いて以下の条件で測定した。

レンズ：Fizeau ×1

解析ソフト：Zygo Metro Pro（商品名）

【0046】

上記の装置を用いて、ディスク中心から41.5mmから47.0mmまでのディスク端部の形状を測定し、図1のように、A、B及びC点の位置をディスク中心からそれぞれ41.5mm、47mm及び43mmにとり、解析ソフトを用いて前記測定方法により、Dを求めた。この求められたDを研磨前後のディスク研磨量の1/2で除した値をロールオフ値とした。

【0047】

表1に比較例3の測定値を基準値1としたときの相対速度、相対ロールオフ値を示す。表1よりクエン酸量が0.03～0.5重量%でかつ表面電位-140～200mVの範囲の実施例1、2から、比較例3に比較しロールオフが低減しかつ研磨速度も同等であることがわかる。また、研磨材の表面電位が200mVより大きすぎる比較例1ではロールオフが良好ではあるものの研磨速度が小さい



ことがわかる。

【 0 0 4 8 】

【表 1】

	有機酸		研磨速度 (相対値)	ロールオフ (相対値)	表面電位 (mV)
	化合物	重量%			
実施例 1	クエン酸	0.2	0.98	0.78	-8
実施例 2	クエン酸	0.5	1.00	0.95	-140
比較例 1	—	—	0.78	0.77	338
比較例 2	クエン酸	0.01	0.79	0.77	251
比較例 3	クエン酸	1.0	1.00	1.00	-150

【 0 0 4 9 】

【発明の効果】

本発明の研磨液組成物を用いることにより、被研磨基板の基板のロールオフを著しく向上させる効果が奏される。

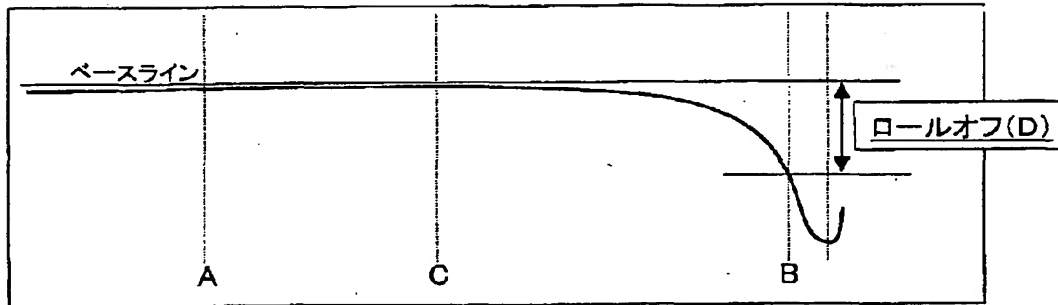
【図面の簡単な説明】

【図 1】

図 1 は、測定曲線とロールオフとの関係を示す図である。

【書類名】 図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

ロールオフを低減し得る研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の製造方法及び、前記研磨液組成物を用いて被研磨基板のロールオフを低減する方法を提供すること。

【解決手段】

0.03～0.5重量%の有機酸又はその塩と、研磨材と、水とを含有し、且つ該研磨材の表面電位が $-140 \sim 200$  mVである研磨液組成物、該研磨液組成物を用いて、被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法、前記研磨液組成物を用いて、被研磨基板のロールオフを低減する方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
氏 名 花王株式会社